

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

20. 1. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 1 月 3 1 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 2 3 9 3 0
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 2 3 9 3 0]

RECEIVED	
05 MAR 2004	
WIPO	PCT

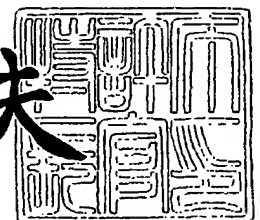
出 願 人
Applicant(s): 電 気 化 学 工 業 株 式 有 限 公 司

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 2 月 2 0 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 A101790

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 36/18

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社 青海工場内

【氏名】 八嶋 裕之

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社 青海工場内

【氏名】 望月 健二

【特許出願人】

【識別番号】 000003296

【氏名又は名称】 電気化学工業株式会社

【代表者】 晝間 敏男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 028565

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリクロロブレンラテックスおよびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 クロロブレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体合わせて 100 質量部を①HLB 値が 9 以上 17 未満のもの 1～10 質量部と②HLB 値が 17 以上のもの 0.1～2 質量部からなる化学式 1 のノニオン系乳化剤の存在下に乳化共重合したポリクロロブレンラテックス。

【化 1】

$R-O-(CH_2-CHO)_n-H$ (化学式 1)

|
R 1

ここに R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を 1 個以上含む置換基

$n = 1 \sim 200$

R 1 : 水素またはアルキル基

【請求項 2】 ②のノニオン系乳化剤を乳化共重合した後に添加する請求項 1 記載のポリクロロブレンラテックス組成物。

【請求項 3】 ①と②の 2 種類のノニオン系乳化剤の HLB 値の差が、2 以上あることを特徴とする請求項 1 又は 2 のいずれか 1 項記載のポリクロロブレンラテックス。

【請求項 4】 エチレン性不飽和カルボン酸が単量体中に 0.3～10 質量%含まれることを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれか 1 項記載のポリクロロブレンラテックス。

【請求項 5】 クロロブレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体合わせて 100 質量部を①HLB 値が 9 以上 17 未満のもの 1～10 質量部と②HLB 値が 17 以上のもの 0.1～2 質量部からなる化学式 1 のノニオン系乳化剤の

存在下に乳化共重合するポリクロロプレンラテックスの製造方法。

【請求項 6】 ②のノニオン系乳化剤を乳化共重合させた後に添加する請求項 5 記載のポリクロロプレンラテックスの製造方法。

【請求項 7】 請求項 1 から 4 のいずれか 1 項記載のポリクロロプレンラテックスに粘着付与樹脂を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【請求項 8】 請求項 1 から 4 のいずれか 1 項記載のポリクロロプレンラテックスに粘着付与樹脂と金属酸化物を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、接着剤として有効なポリクロロプレンラテックスおよびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物に関する。さらに詳しくは初期接着力、常態接着力、接着耐水性等の接着性能に優れ、水系コンタクト型接着剤として好適なポリクロロプレンラテックスおよびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、ポリクロロプレンをベースとした接着剤は溶剤型が主流であった。しかし、近年溶剤型接着剤はそれを製造する際又は使用する際に、有機溶剤による衛生性、火気危険性、環境汚染などの問題があり、脱溶剤化の要求が高まっている。

【0003】

脱溶剤化の手法としては、溶剤型接着剤をラテックス接着剤に代替する方法が有効と考えられ、各種ポリマーを使用したラテックス接着剤の検討が盛んに行われている。

【0004】

なかでもポリクロロプレンラテックス接着剤は、接合する被着体の双方に塗布し、これらの接着剤層を乾燥した後に貼り合わせることにより、貼り合わせ直後

から高い接着力を発現する。こうした特徴から、水系コンタクト型接着剤としての利用を期待されている反面、溶剤系接着剤と比較して初期接着強度、耐水性等の接着性能が劣り、この点の改良が課題とされてきた。

【0005】

従来は、クロロプレンを不飽和カルボン酸、ポリビニルアルコール、連鎖移動剤の存在下で重合するポリクロロプレンラテックス接着剤の製造方法がある（例えば特許文献1参照。）が、このようなポリクロロプレンラテックスでは接着耐水性が不十分であった。

【0006】

【特許文献1】特開平06-287360号公報（第2頁；請求項1、第3～6頁；製造例1～8）

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような従来技術の問題点を解決し、初期接着力や常態接着力、耐水性に優れ、かつ機械的安定性の良好な水系接着剤用のポリクロロプレンラテックスとその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決すべく、鋭意検討を重ねた結果、クロロプレン及びエチレン性不飽和カルボン酸の各単量体の合計100質量部を、①HLB値が9以上17未満のもの1～10質量部と②HLB値が17以上のもの0.1～2質量部からなる特定構造のノニオン系乳化剤の存在下に乳化共重合したポリクロロプレンラテックスを用いた水系接着剤組成物が、接着特性に優れることを見だし、本発明を完成させるに至った。

【0009】

即ち、本発明は、クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体合わせて100質量部を①HLB値が9以上17未満のもの1～10質量部と②HLB値が17以上のもの0.1～2質量部からなる特定構造のノニオン系乳化剤の存在下に乳化共重合したポリクロロプレンラテックスおよびその製造方法、

それを用いた水系接着剤組成物に関するものである。

【0010】

本発明におけるエチレン性不飽和単量体としては、例えばアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、フマル酸、マレイン酸、シトラコン酸等が挙げられ、必要に応じて2種以上用いてもかまわない。

なお本発明においてはアクリル酸、メタクリル酸を使用することが好ましく、特にメタクリル酸を使用することが好ましい。

【0011】

本発明におけるエチレン性不飽和カルボン酸の添加量は、単量体中に0.3～10質量%含まれることが好ましい。より好ましくは1～5質量%である。エチレン性不飽和カルボン酸の添加量が0.3質量%未満の場合は、ラテックスの機械的安定性が悪くなるばかりでなく水系接着剤組成物の接着力も劣る。10質量%を越える場合には、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0012】

本発明におけるノニオン系乳化剤とは下記の構造を有するものである。

【化2】



ここに R:ベンゼン環及び／またはナフタレン環を1個以上含む置換基

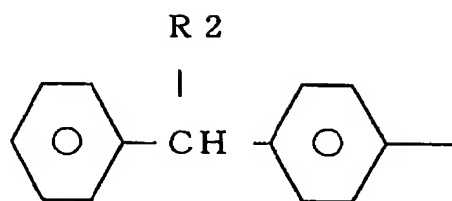
$n = 1 \sim 200$

R1:水素またはアルキル基

置換基Rの具体例としては例えば下記(I)～(XIII)の構造が挙げられる。また、これら構造は混合物であっても構わない。

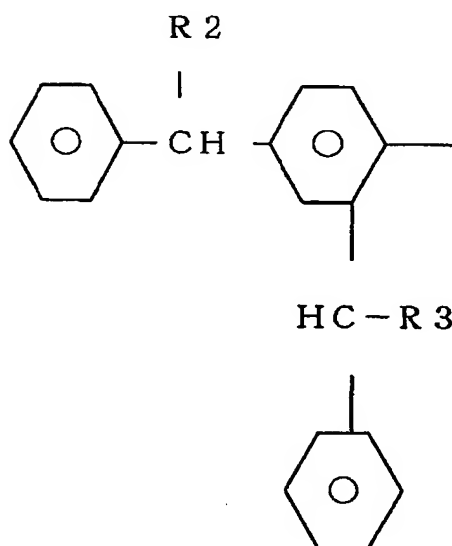
【化3】

(I)



R²: 水素またはアルキル基

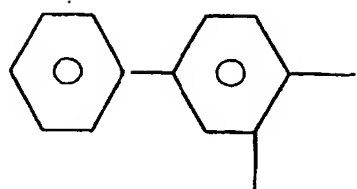
(II)



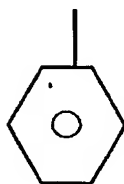
R²、R³: 水素または炭素数1～6のアルキル基

【化 4】

(Ⅲ)

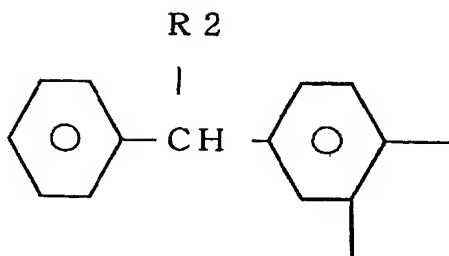


HC-R₂

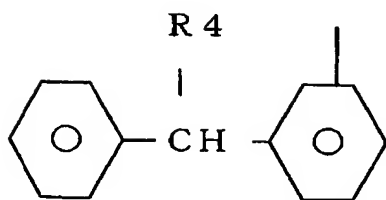


R₂: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

(Ⅳ)



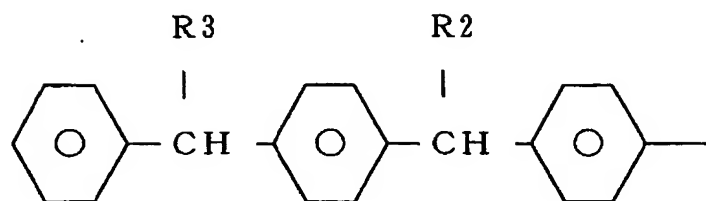
HC-R₃



R₂, R₃, R₄: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

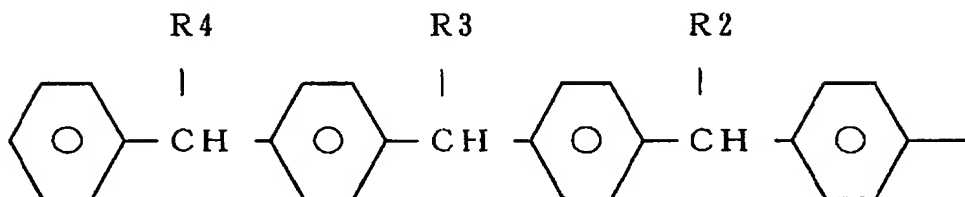
【化5】

(V)



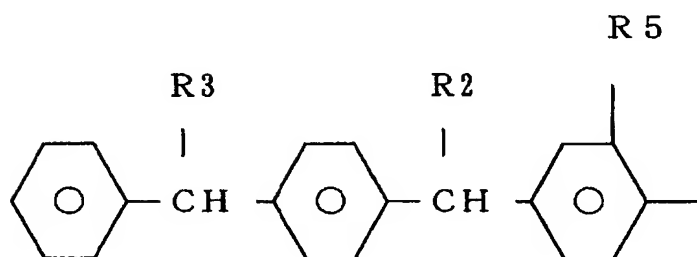
R 2, R 3: 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

(VI)



R 2, R 3, R 4: 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

(VII)

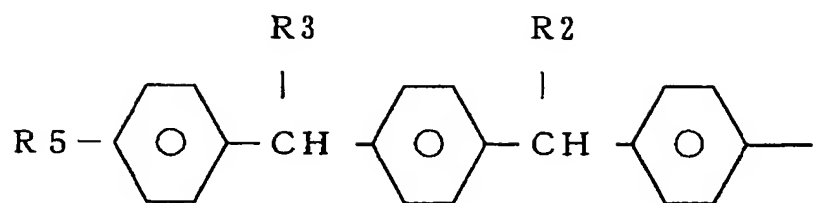


R 2, R 3: 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

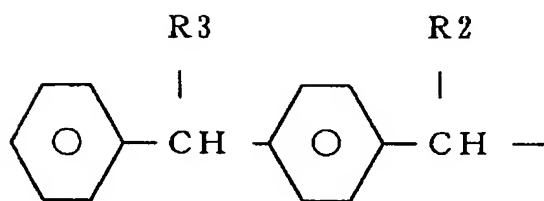
R 5 : 炭素数 1 ~ 6 のアルキル基または水酸基

【化6】

(VIII)

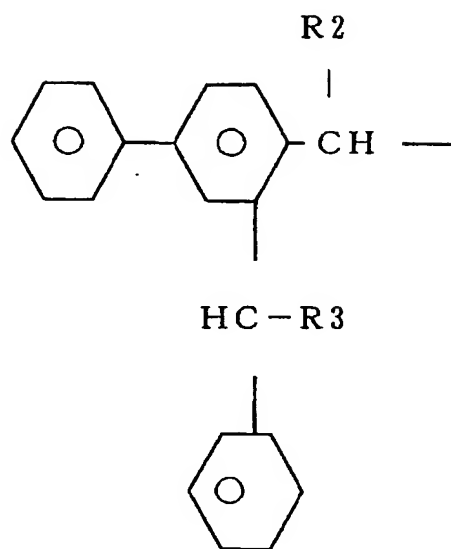
R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基R₅: 炭素数1～6のアルキル基または水酸基

(IX)

R₂, R₃: 水素または炭素数1～6のアルキル基

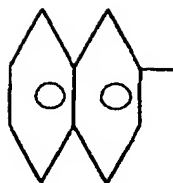
【化 7】

(X)

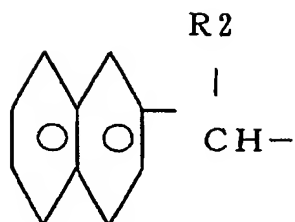


R 2, R3 : 水素または炭素数 1 ～ 6 のアルキル基

(X I)



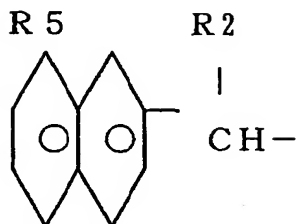
(X II)



R 2 : 水素または炭素数 1 ～ 6 のアルキル基

【化8】

(XIII)



R 2 : 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

R 5 : 炭素数 1 ~ 6 のアルキル基または水酸基

【0013】

本発明のノニオン系乳化剤としては、例えばポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンナフトールエーテル、ポリオキシエチレンヒドロキシナフチルエーテル、ポリオキシエチレンクレジルナフチルエーテル等を挙げることができる。

これらは混合物であっても構わない。

【0014】

本発明のノニオン系乳化剤のHLB値とは、米国ICI社のグリフィン氏により考案された親水性、疎水性のバランスを示す指標であり、下記の式に従って算出される1~20の数値である。HLB値が高いほど親水性が高く、HLB値が低いほど親油性が高い。

$$HLB = (\text{親水基部分の分子量}) / (\text{界面活性剤の分子量}) \times (100 / 5)$$

本発明のノニオン系乳化剤のHLB値は9以上17未満の範囲のものと17以上のものを2種類使用することが必要である。前者のノニオン系乳化剤は安定な

重合反応を行うため、重合乳化剤として用いることが好ましい。後者のノニオン系乳化剤は、ポリクロロプレンラテックスの機械的安定性を付与する目的で使用する。更にこれら2種類のノニオン系乳化剤のHLB値差は2以上であることが好ましい。

【0015】

本発明のHLB値が9以上17未満のノニオン系乳化剤の添加量は、単量体100質量部に対して1～10質量部である。更に好ましくは、2～7質量部である。1質量部に満たない場合は、ポリクロロプレンラテックスの重合が困難になる。10質量部を越えると、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

このうちHLB値が17以上のノニオン系乳化剤の添加量は0.1～2.0質量部であり好ましくは0.2～1.5質量部である。0.1質量部未満ではポリクロロプレンラテックスの機械的安定性が悪くなり、2.0質量部を越えると、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0016】

本発明のHLB値が17以上のノニオン系乳化剤の添加するタイミングは特に限定するものではない。重合前又は重合時又は重合反応後等任意のタイミングで添加が可能である。

【0017】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒としては、過硫酸カリウム等の無機過酸化物、ケトンパーオキサイド類、パーオキシケタール類、ヒドロパーオキサイド類、ジアルキルパーオキサイド類、ジアシルパーオキサイド類等の有機過酸化物等を挙げることができる。

触媒としては過硫酸カリウムの使用が安定した重合を行う上で好ましい。また、過硫酸カリウムは0.1～5質量%の水溶液で使用する事が好ましい。

【0018】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒の活性を高める上で、亜硫酸ソーダ、酸化鉄(II)、アントラキノン β スルホン酸ソーダ、フォルムアミジンスルホン酸、L-アスコルビン酸等を添加することができる。

【0019】

また本発明におけるポリクロロprenラテックスのゲル分含有率（トルエン不溶分）は特に制限されるものではなく、要求特性に応じて任意に変えることができる。ただ、水系接着剤組成物の初期接着強度がより重視される場合は、ゲル含有率を60質量%以下に抑えることが好ましい。また、水系接着剤組成物の耐熱性能が重視される場合は、ゲル含有率を20質量%以上とすることが好ましい。

【0020】

本発明のポリクロロprenラテックスのゲル分含有率を制御する方法に関しては、①連鎖移動剤の使用とその使用量、②重合温度又は③重合率の制御によって任意に行うことができる。

【0021】

連鎖移動剤としては、クロロpren重合体の製造に一般的に用いられるものであれば特に制限はなく、例えばn-ドデシルメルカプタンやtert-ドデシルメルカプタン等の長鎖アルキルメルカプタン類、ジイソプロピルキサントゲンジスルフィドやジエチルキサントゲンジスルフィド等のジアルキルキサントゲンジスルフィド類、ヨードホルム等の公知の連鎖移動剤を使用することができる。

【0022】

次に重合温度については、0～55℃の範囲であることが重合制御上好ましい。なお重合反応をより円滑にかつ安全に行うには、重合温度を10～45℃とすることが好ましい。

【0023】

また最終重合率については、60質量%以上とすることが好ましく、80質量%以上とすることがより好ましい。

【0024】

本発明において、ポリクロロprenラテックスの固形分濃度は40～65質量%の範囲にあることが好ましく、より好ましくは45～60質量%の範囲である。より高い固形分濃度とすることにより、乾燥速度が速く、初期接着性に優れたラテックスとなる。なお固形分濃度については、重合時のモノマーと水の比率によっても調整できるが、重合後に濃縮を行い調整することが出来る。濃縮の方法

としては、減圧濃縮等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0025】

本発明におけるポリクロロプレンラテックスには、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の塩基性物質、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、りん酸3ナトリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸水素2カリウム、クエン酸3カリウム、クエン酸水素2カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、4硼酸ナトリウム等の弱酸塩類を添加することにより、PHを自由に調整することができる。

【0026】

本発明におけるPH調整剤の添加方法は特に制限を受けるものではなく、PH調整剤粉末を直接添加または水で任意の割合に希釈して添加することができる。

PH調整剤の添加するタイミングとしては特に限定するものでは無く、重合開始前や重合終了後に添加することが可能である。

【0027】

本発明におけるポリクロロプレンラテックスには、アニオン系界面活性剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、1:2モル型脂肪族アルカノールアミド、ホルムアルデヒドナフタレンスルホン酸縮合物のナトリウム塩、ポパール等の分散助剤を添加することができる。添加するタイミングとしては特に限定するものでは無い。重合開始前、途中または終了後に添加することができる。

【0028】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合を停止させる目的でチオジフェニルアミン、ジエチルハイドロキシルアミン、ハイドロキノン、p-tertブチルカテコール、1, 3, 5-トリヒドロキシベンゼン、ハイドロキノンメチルエーテル、2, 6-ジ-tertブチル-4-メチルフェノール、2, 2-メチレンビス(6-tert-4-メチルフェノール)、4, 4-ブチレンビス(6-tertブチル-3-メチルフェノール)、エチレンビス(オキシエチレン)ビス[3-(5-tertブチル-4-ヒドロキシ-m-トリル)プロピオネート]、オクタデシル-3-(3, 5-ジ-tertブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキス[3-(3, 5-ジ-tertブチル-4-ヒドロキシフ

エニル) プロピオネート] 等の重合禁止剤を添加することができる。

【0029】

本発明の粘着付与樹脂としては、ロジン酸エステル樹脂、テルペンフェノール樹脂、クマロンーインデン樹脂、脂肪族炭化水素樹脂、芳香族樹脂等を挙げることができる。粘着付与樹脂のうち特にテルペンフェノール樹脂とロジン酸エステル樹脂のエマルジョンが水系接着剤組成物の初期接着力や耐水性を発現させる上で好ましい。

【0030】

粘着付与樹脂の添加量（固形分換算）は、ポリクロロブレンラテックス（固形分）100質量部に対して、10～100質量部が好ましく、20～70質量部が特に好ましい。10質量部未満では初期接着力が劣る場合があり、100質量部を越えると接着剤皮膜の形成が阻害され易い。

【0031】

本発明における金属酸化物としては酸化亜鉛、酸化チタン、酸化アルミニウム及び酸化鉄等を挙げることができる。酸化亜鉛、酸化チタン及び酸化アルミニウムが接着剤組成物の耐水性を良くする上で好ましく、特に酸化亜鉛の使用が好ましい。

【0032】

金属酸化物の添加量は、ポリクロロブレンラテックス（固形分）100質量部に対して0.2～6.0質量部が好ましく、特に0.5～3.0質量部が好ましい。0.2質量部未満では接着剤組成物の耐水性が不十分となる場合があり、5.0質量部を越えると初期接着力が悪くなり易い。

【0033】

本発明の水系接着剤組成物は炭酸カルシウム、シリカ、タルク又はクレー等の無機充填剤、ジブチルフタレート又はプロセスオイルなどの可塑剤・軟化剤、ポリアクリル酸ナトリウム、水溶性ポリウレタン、メチルセルロース等の増粘剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、1：2モル型脂肪族アルカノールアミド、1：1モル型ジエタノールアミン、ポリオキシエチレンステアレート、ポバール等の界面活性剤、ベンゾトリアゾリン類又はソルビン酸アルカリ金属塩等の

防腐剤、各種老化防止剤、紫外線吸収剤又は酸化防止剤等を必要に応じて任意に配合することができる。

【0034】

本発明の水系接着剤組成物はポリクロロプレンラテックス、粘着付与樹脂及び金属酸化物等を混合して作られるが、混合装置は特に限定されるものではなく、スリーワンモーター、ホモジナイザーメディアミル、コロイドミル等の公知の装置を使用できる。

【0035】

本発明により得られたポリクロロプレンラテックス接着剤は、紙、木材、布、皮革、レザー、ゴム、プラスチック、フォーム、陶器、ガラス、モルタル、セメント系材料、セラミック、金属等の同種、あるいは異種の接合接着用として好適である。

接着時の施工方法に関しては、刷毛塗り、コテ塗り、スプレー塗布、ロールコーター塗布などが可能である。

【0036】

[実施例]

以下実施例により本発明を具体的に説明するが、これらの実施例は本発明を限定するものでない。なお、下記の実施例において部及び％は、特に断りのない限り質量基準である。

【0037】

[実施例1]

内容積3リットルの反応器を用い、窒素気流下で、純水130部及びノニオン系乳化剤A (Newcol 714: 日本乳化剤社製) 5.0部、ノニオン系乳化剤C (Newcol 740: 日本乳化剤社製) 0.5部を仕込み溶解後、攪拌しながらクロロプレン単量体97部、メタクリル酸3部、及びオクチルメルカプタン0.3部を加えた。これを40℃に保持しながら亜硫酸ナトリウムと過硫酸カリウムを開始剤として用い、最終重合率が90%に達したところでチオジフェニルアミンの乳濁液を加えて、重合を停止した。

【0038】

次に、このポリクロロプレンラテックスに、20%ジエタノールアミンを12部添加してPHを中性になるよう調整した後、更に減圧下で水分を蒸発させ濃縮を行い、固形分濃度が50%となるように調整し、ポリクロロプレンラテックスAを得た。

【0039】

次に、このポリクロロプレンラテックスについて、以下の測定を行った。

〔機械的安定性測定〕

JISK6828に準拠し、マロン式試験装置を使用し、50gのポリクロロプレンラテックスに荷重10kg、回転数1000rpmの剪断力を加えて測定した。生成した凝固物量を乾燥計量し、下記の式により評価した。

$$\text{機械的安定性 (\%)} = \text{凝固物乾燥重量 g} / \text{ラテックス量 (50 g)} \times 100$$

【0040】

表1に示した処方で調整した接着剤組成物を用いて、下記の方法で接着試験用サンプルAを作成した。

〔接着試験用サンプルAの作成方法〕

帆布(25×150mm)2枚各々に、300g(固形分)/m²の接着剤組成物を刷毛で塗布した後、80℃雰囲気下9分間乾燥する。

次いで室温に1分放置した後、塗布面を張り合わせてハンドローラーで圧縮する。

【0041】

上記の方法で作成した接着試験用サンプルAを用いて、次の接着試験を実施した。

〔初期剥離強度〕

圧縮10分間後、引張り試験機を用い、引張り速度200mm/minで180°剥離強度を測定した。

〔常態剥離強度〕

圧縮7日後、引張り試験機を用い、引張り速度200mm/minで180°剥離強度を測定した。

〔耐水強度〕

圧縮 7 日後、水中に 2 日間浸漬し、引張り試験機を用い、引張り速度 200 m/m i n で 180° 剥離強度を測定した。

【0042】

〔実施例 2〕

内容積 3 リットルの反応器を用い、窒素気流下で、純水 130 部及びノニオン系乳化剤 A (Newcol 714 : 日本乳化剤社製) 5.0 部を仕込み溶解後、攪拌しながらクロロプレン単量体 97 部、メタクリル酸 3 部、及びオクチルメルカプタン 0.3 部を加えた。これを 40℃ に保持しながら亜硫酸ナトリウムと過硫酸カリウムを開始剤として用い、最終重合率が、90% に達したところでチオジフェニルアミンの乳濁液を加えて重合を停止した。

【0043】

次に、このポリクロロプレンラテックスに、20% ジエタノールアミンを 12 部添加して PH を中性になるよう調整した後、ノニオン系乳化剤 C (Newcol 1740 : 日本乳化剤社製) 0.5 部を添加した。更に減圧下で水分を蒸発させ濃縮を行い、固形分濃度が 50% となるように調整し、ポリクロロプレンラテックス組成物を得た。

【0044】

〔実施例 3〕

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤 C を D (ニューコール 780 : 日本乳化剤社製) に変更して実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0045】

〔実施例 4〕

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤 A を B (ノイゲン EA137 : 第一工業製薬社製) に変更して実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

。 【0046】

〔比較例 1〕

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤の代わりにポリビニルアルコール (PVA 405 : クラレ社製) を使用して実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテック

スを作成した。

【0047】

〔比較例 2〕

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤の代わりにロジン酸ナトリウム塩 5 部を用いて重合を実施した。

【0048】

次に、このクロロprenラテックスを減圧下で水分を蒸発させ濃縮を行い、固形分濃度が 50 % となるように調整し、ポリクロprenラテックスを得た。

【0049】

〔比較例 3〕

実施例 1 においてメタクリル酸を 0 部にして、実施例 1 と同様にポリクロprenラテックスを作成した。

〔比較例 4〕

実施例 1 においてノニオン系乳化剤 C を 0 部にして、実施例 1 と同様にポリクロprenラテックスを作成した。

【0050】

実施例 2 ～ 4 及び比較例 1 ～ 4 のラテックスの性状とその接着物性を実施例 1 の場合と同様に測定し、結果を表 1 に示した。

【0051】

【表 1】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
ポリクロロブレン ラテックス処方 (部)	クロロブレン	97	97	97	97	97	97	100	97
	メタクリル酸	3	3	3	3	3	3	0	3
	n-ドデシルメルカプタン	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	純水	130	130	130	130	130	130	130	130
	ノニオン系乳化剤A (1)	5.0	5.0	5.0	5.0			5.0	5.0
	ノニオン系乳化剤B (2)								
重合条件	ノニオン系乳化剤C (3)	0.5	0.5	0.5	0.5			0.5	
	ノニオン系乳化剤D (4)								
	ポリビニルアルコールPVA-405					5.0			
	ロジン酸ナトリウム						5.0		
	重合温度 ℃	40	40	40	40	40	40	40	40
	重合率 %	90	90	90	90	90	90	90	90
クロブレンラテックスの性状	固形分濃度 Wt %	50	50	50	50	50	50	50	50
	機械的安定性 %	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	8.2	5.7
	上記ポリクロブレンラテックス	100	100	100	100	100	100	100	100
	接剤組成物処方 (数量は固形分換 算/部)	50	50	50	50	50	50	50	50
	酸化亜鉛エマルジョン (5)	1	1	1	1	1	1	1	1
	酸化亜鉛エマルジョン (6)								
接着試験結果 (N/mm)	初期接着強度	5.0	5.1	5.2	4.9	4.2	2.0	3.1	5.0
	常態接着強度	5.4	5.4	5.4	5.2	4.9	2.7	3.5	5.3
	接着耐水性	4.9	5.0	5.0	4.7	0.2	2.6	3.5	4.9
	(1) ノニオン系乳化剤A; ニューコール714 (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテル系、HLB=15.0 日本乳化剤社製)								
	(2) ノニオン系乳化剤B; ノイゲンEA137 (ポリオキシアルキレンジスチリルフェニルエーテル系、HLB=13.0 第一工業製薬社製)								
	(3) ノニオン系乳化剤C; ニューコール740 (ポリオキシアルキレントリスチリルフェニルエーテル系、HLB=17.9 日本乳化剤社製)								
	(4) ノニオン系乳化剤D; ニューコール780 (ポリオキシアルキレントリスチリルフェニルエーテル系、HLB=18.9 日本乳化剤社製)								
	(5) テルペンフェノール系樹脂エマルジョン; タマノールE-100 (荒川化学工業社製、有効成分50%)								
	(6) 酸化亜鉛エマルジョン; AZ-SW (大崎工業社製、有効成分50%)								

【 0 0 5 2 】

【発明の効果】

以上の実施例と比較例の比較より、本発明の製造方法により得られたポリクロ
ロプレンラテックスは機械的安定性に優れており、これを含む水系接着剤組成物
は初期接着強度や耐水接着性に優れていることが明かであり、合板など木材接着
、紙材、布、合成樹脂、鋼板、セメント基質等の接着に特に好適である。

【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 初期接着力や常態接着力、耐水性に優れた水系接着剤用のポリクロロブレンラテックスとその製造方法、それを用いた接着剤組成物を提供する。

【解決手段】 クロロブレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体合わせて100質量部を①HLB値が9以上17未満のもの1～10質量部と②HLB値が17以上のもの0.1～2質量部からなる化学式1のノニオン系乳化剤の存在下に乳化共重合した機械的安定性に優れたポリクロロブレンラテックス及びその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-023930
受付番号	50300158537
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 2月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 1月31日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 2 3 9 3 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 2 9 6]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 1 2 月 . 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号

氏 名

電気化学工業株式会社